

**Kualitas air laut –
Bagian 2: Cara uji merkuri (Hg) secara *cold vapour*
dengan spektrofotometer serapan atom
atau *mercury analyzer***



© BSN 2003

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
3.1 Prinsip.....	2
3.2 Bahan	2
3.3 Peralatan	3
3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji.....	3
3.5 Persiapan pengujian	4
3.6 Prosedur	5
3.7 Menggunakan spektrofotometer serapan atom	5
3.8 Menggunakan <i>mercury analyzer</i>	5
3.9 Perhitungan	6
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	6
4.1 Jaminan mutu	6
4.2 Pengendalian mutu.....	7
5 Rekomendasi.....	7
Lampiran A (informatif) Presisi dan akurasi.....	8
Lampiran B (normatif) Pelaporan.....	9
Bibliografi	10

Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas air laut sebagaimana telah ditetapkan dalam keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air laut sebagaimana yang tercantum didalam keputusan Menteri tersebut.

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini disusun dengan mengadaptasi beberapa metode standar, seperti *ASTM*, *Standard Methods*, dan *JIS*, yang dikerjakan dengan cara melakukan validasi metode. Secara teknis, SNI ini disiapkan oleh Sub Panitia Teknis *Parameter Uji Kualitas Air* dan Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan* dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 29 Oktober 2002 di Jakarta.



Kualitas air laut - Bagian 2: Cara uji merkuri (Hg) secara *cold vapour* dengan spektrofotometer serapan atom atau *mercury analyzer*

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan merkuri (Hg) dalam air laut secara *cold vapour* dengan spektrofotometer serapan atom atau *mercury analyzer* pada kisaran kadar 0,0 µg/l - 10 µg/l.

2 Istilah dan definisi

2.1

larutan induk

larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.2

larutan induk merkuri, Hg

larutan induk yang dibuat dengan cara melarutkan 0,1354 gram merkuri klorida, HgCl_2 sehingga mempunyai kadar merkuri, Hg 1000 mg/l

2.3

larutan baku

larutan induk yang diencerkan dengan air suling bebas merkuri dan mempunyai kadar merkuri, Hg 100 µg/l

2.4

larutan kerja

larutan baku yang diencerkan dengan air suling bebas merkuri, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi, dan mempunyai kisaran kadar merkuri, Hg 0; 2; 4; 6; 8; 10 µg/l

2.5

larutan blanko atau air suling bebas merkuri

air suling yang tidak mengandung merkuri atau mengandung merkuri dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

2.6

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.7

kertas saring bebas merkuri

kertas saring yang telah direndam dalam asam nitrat, HNO_3 6 N selama satu hari, kemudian dibilas dengan air suling bebas merkuri sampai pH air bilasan sama dengan pH air pembilas

2.8

blind sample

larutan baku dengan kadar tertentu

2.9

spike matriks

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.10

CRM (Certified Reference Material)

bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Senyawa merkuri dalam contoh uji air laut dioksidasi menjadi ion merkuri oleh KMnO_4 dalam suasana asam. Ion merkuri kemudian direduksi menjadi atom merkuri oleh SnCl_2 . Atom merkuri yang terbentuk kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer serapan atom atau *mercury analyzer*.

3.2 Bahan

- a) Merkuri klorida, HgCl_2
- b) Asam sulfat, H_2SO_4 p
- c) Asam nitrat, HNO_3 p
- d) Kalium permanganat, KMnO_4 5 %

Timbang 5 gram KMnO_4 , larutkan dalam 100 ml air suling bebas merkuri.

- e) Kalium persulfat, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5 %

Timbang 5 gram $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, larutkan dalam 100 ml air suling bebas merkuri.

- f) Hidroksilamin hidroklorida, $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 10 %

Timbang 10 gram hidroksilamin hidroklorida, larutkan dalam 100 ml air suling bebas merkuri.

g) Tin klorida, SnCl_2 10 %

Timbang 10 gram SnCl_2 , larutkan dalam 20 ml HCl pekat kemudian tambahkan air suling bebas merkuri sampai volume 100 ml.

h) Air suling bebas merkuri

Ke dalam 1000 ml air suling tambahkan kurang lebih 1 gram KMnO_4 . Destilasi dan tampung destilat ke dalam botol gelas bebas Merkuri, gunakan air suling ini untuk pengujian.

i) Kertas saring bebas merkuri

j) Larutan KMnO_4 - H_2SO_4

Larutkan 0,5 gram KMnO_4 dalam 100 ml air suling bebas merkuri, lalu ditambah 2 ml H_2SO_4 .

3.3 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tanpa nyala atau *mercury analyzer*;
- Tabung reaksi dengan tutup asah 100 ml;
- Labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml;
- Pipet ukur 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; dan 10 ml;
- Pipet takar 10 ml;
- Gelas piala 100 ml;
- Botol tempat reagen;
- Penangas air (*Water bath*);
- Botol semprot;
- Timbangan analitik;
- Alat destilasi.

3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

- Saring air suling bebas merkuri melalui kertas saring bebas merkuri yang berukuran pori 0,45 μm , tampung hasil saringan. Larutan ini digunakan sebagai blanko penyaringan.
- Apabila contoh uji keruh atau banyak mengandung padatan tersuspensi, saring dengan kertas saring bebas merkuri yang berukuran pori 0,45 μm .
- Masukkan contoh uji ke dalam botol gelas gelap borosilikat yang bebas merkuri.
- Apabila tidak dapat segera dianalisis maka contoh uji diawetkan dengan 1 ml KMnO_4 - H_2SO_4 per 300 ml contoh uji.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Pembuatan larutan induk merkuri, Hg 1000 mg/l

- Larutkan 0,1354 gram serbuk merkuri klorida, HgCl_2 dengan 70 ml air suling bebas merkuri di dalam labu ukur 100,0 ml, tambahkan 1 ml HNO_3 p.
- Tambahkan air suling bebas merkuri sampai tepat pada tanda tera.

3.5.2 Pembuatan larutan baku merkuri, Hg 10 mg/l

- Pipet 1,0 ml larutan induk 1000 mg Hg/l ke dalam labu ukur 100,0 ml yang telah berisi lebih kurang 50 ml air suling bebas merkuri.
- Tambahkan 1 ml HNO_3 pekat, tepatkan sampai tanda tera dengan air suling bebas merkuri.

3.5.3 Pembuatan larutan baku merkuri, Hg 100 $\mu\text{g/l}$

- Pipet 1,0 ml larutan baku 10 mg Hg/l ke dalam labu ukur 100,0 ml yang telah berisi lebih kurang 50 ml air suling bebas merkuri.
- Tambahkan 1 ml HNO_3 p, tepatkan sampai tanda tera dengan air suling bebas merkuri.

3.5.4 Pembuatan larutan kerja

- Pipet 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 ml larutan baku merkuri, Hg 100 $\mu\text{g/l}$ masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 ml.
- Tambahkan 1 ml HNO_3 p, tepatkan dengan air suling bebas merkuri sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh kadar merkuri, Hg 0; 2; 4; 6; 8; 10 $\mu\text{g/l}$.

3.5.5 Pembuatan kurva kalibrasi

- Ke dalam masing-masing tabung reaksi 100 ml masukkan 50 ml larutan kerja merkuri.
 - Tambahkan 2 ml H_2SO_4 p.
 - Tambahkan 2 ml HNO_3 p sambil dikocok perlahan-lahan.
 - Tambahkan 10 ml KMnO_4 5 % (bila warna ungu hilang, tambahkan lagi KMnO_4 sampai warna tidak hilang selama 15 menit).
 - Tambahkan 2 ml $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ kemudian dikocok.
 - Panaskan dalam penangas air (*water bath*) pada temperatur 90°C selama 2 jam.
 - Dinginkan kemudian tambahkan hidrosilamin hidroklorida sampai warna KMnO_4 hilang
 - Tepatkan volume akhir menjadi 80 ml dengan menambahkan air suling bebas merkuri
- CATATAN Volume akhir contoh uji setelah pemanasan yang siap diukur harus sama dengan volume akhir deret standar.
- Larutan kerja merkuri siap diukur.

3.6 Prosedur

- a) Ke dalam tabung reaksi 100 ml masukkan 50 ml contoh uji.
- b) Tambahkan 2 ml H_2SO_4 p.
- c) Tambahkan 2 ml HNO_3 p sambil dikocok perlahan-lahan.
- d) Tambahkan 10 ml KMnO_4 5% (sampai warna KMnO_4 tidak hilang).
- e) Tambahkan 2 ml $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5%.
- f) Panaskan dalam penangas air (*water bath*) pada temperatur 90°C selama 2 jam.
- g) Dinginkan kemudian tambahkan hidroksilamin hidroklorida sampai warna KMnO_4 hilang.
- h) Tepatkan volume akhir sampai sama dengan volume akhir deret standar diatas dengan menambahkan air suling bebas merkuri.
- i) Contoh uji siap diukur.
- j) Lakukan pengukuran blanko: 50 ml air suling bebas merkuri. Lakukan langkah 3.6 b) sampai dengan 3.6 i)
- k) Untuk kontrol kontaminasi lakukan juga langkah 3.6 b) sampai dengan 3.6 i) terhadap 50 ml blanko penyaringan pada langkah 3.4 a).
- l) Lakukan analisis secara duplo.
- m) Pembuatan *spike matriks*:
 - 48 ml contoh uji tambahkan 2,0 ml larutan baku $100\ \mu\text{g/l}$. Lakukan langkah 3.6 b) sampai dengan 3.6 i)
 - 48 ml contoh uji tambahkan 2,0 ml air suling bebas merkuri. Lakukan langkah 3.6 b) sampai dengan 3.6 i)

3.7 Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

- a) Optimalkan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) sesuai petunjuk penggunaan alat.
- b) Masukkan semua larutan kerja yang telah dipreparasi ke dalam botol yang berada pada alat Spektrofotometer Absorbansi Atom (SSA) untuk pengujian merkuri.
- c) Tambahkan 10 ml SnCl_2 , segera tutup dan ukur absorbansinya pada panjang gelombang optimal disekitar $253,7\ \text{nm}$.
- d) Buat deret kurva kalibrasi.
- e) Ukur absorbansi contoh uji seperti langkah 3.7 b) dan 3.7 c).

3.8 Menggunakan *mercury analyzer*

- a) Optimalkan alat *mercury analyzer* sesuai dengan petunjuk penggunaan alat.
- b) Masukkan 5 ml larutan kerja ke dalam tabung yang berada pada alat *mercury analyzer*.

- c) Tambahkan 5 ml air suling bebas merkuri ke dalam tabung.
- d) Tambahkan 1 ml SnCl_2 , segera tutup dan ukur tinggi puncak spektrum.
- e) Buat deret kurva kalibrasi.
- f) Ukur tinggi puncak contoh uji seperti langkah 3.8 b) sampai 3.8 d).

3.9 Perhitungan

- a) Kadar merkuri

Masukkan hasil pembacaan absorbansi/ tinggi puncak larutan contoh uji ke dalam grafik kurva kalibrasi, maka didapatkan kadar contoh uji merkuri dalam satuan $\mu\text{g/l}$.

- b) Persen temu balik (% Recovery, % R)

$$\% R = \frac{A-B}{C} \times 100$$

dengan pengertian:

A adalah kadar contoh uji yang *dispike*;

B adalah kadar contoh uji yang tidak *dispike*;

C adalah kadar standar yang diperoleh (*target Value*);

$$= \frac{y \times z}{v}$$

dengan pengertian:

y adalah volume standar yang ditambahkan (ml);

z adalah kadar merkuri yang ditambahkan (mg/l);

v adalah volume akhir (ml).

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- b) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
- c) Gunakan SSA atau *mercury analyzer* yang terkalibrasi (terverifikasi).
- d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- e) Lakukan analisis contoh uji dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum (*holding time*).

4.2 Pengendalian mutu

- a) Linearitas kurva kalibrasi (r) harus $\geq 0,95$ dan intersep \leq batas deteksi.
- b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar merkuri dalam larutan blanko harus $<$ batas deteksi.
- c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan hasil analisis duplo adalah $< 25\%$.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

1) Analisis CRM

Lakukan analisis CRM (*Certified Reference Material*) untuk kontrol akurasi. Larutan pekat CRM diencerkan dengan air laut buatan sampai konsentrasi 0,5 mg/l. Kemudian lakukan langkah 3.6 b) dan 3.6 i) dari 3.6.

2) Analisis *blind sample*.

3) Kisaran persen temu balik adalah 85% – 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.

4) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan analisis *spike matriks*. Kisaran persen temu balik adalah 85% – 115%.

5) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.

Lampiran A

(informatif)

Presisi dan akurasi

Validasi metode cara uji merkuri (Hg) dalam air laut telah dilakukan oleh 4 (empat) orang analis dengan alat spektrofotometer serapan atom yang memberikan simpangan baku (standar deviasi) 2,85– 4,55. Sedangkan validasi yang dilakukan oleh 5 (lima) orang analis dalam satu laboratorium dengan alat *mercury analyzer* dalam waktu berbeda memberikan simpangan baku (standar deviasi) antara 1,25 – 2,64.

Uji temu balik dilakukan terhadap contoh uji air laut ditambah larutan baku merkuri dengan kadar 100 µg Hg/l memberikan nilai untuk *mercury analyzer* sebesar 81,3% – 111,4% sedangkan dengan Spektrofotometer Serapan Atom sebesar 96,7% – 107,3%.



Lampiran B

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut.

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Batas deteksi.
- 8) Perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran duplo.
- 10) Hasil pengukuran blanko.
- 11) Hasil pengukuran persen *spike matriks* dan *CRM* atau *blind sample*.
- 12) Kadar merkuri dalam contoh uji.

Bibliografi

Hutagalung, Horas P., Dkk (Editor) 1997, *Metode Analisis Air Laut, Sedimen dan Biota*, Buku 2, Jakarta : P3O-LIPI.

Leonore S.F. Cleveri et al. 1998, *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*, No. 3112, 20th Edition, Washington DC : APHA, AWWA, WEF.

SNI 19-4190-1996, *Rujukan karya tulis*, Jakarta : DSN.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id